

**ROOM TEMPERATURE-CURABLE COMPOSITION****Publication number:** JP9100408**Publication date:** 1997-04-15**Inventor:** MURAYAMA YUKIHIKO; YAMAUCHI YASUSHI**Applicant:** SEKISUI CHEMICAL CO LTD**Classification:**

**- International:** C08K3/00; C08K5/05; C08K5/10; C08K5/17; C08K5/20;  
C08L71/00; C08L71/02; C08K3/00; C08K5/00;  
C08L71/00; (IPC1-7): C08L71/02; C08K3/00; C08K5/05;  
C08K5/10; C08K5/17; C08K5/20; C08L71/02

**- European:****Application number:** JP19960044756 19960301**Priority number(s):** JP19960044756 19960301; JP19950042942 19950302;  
JP19950197294 19950802[Report a data error here](#)**Abstract of JP9100408**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain a room temperature-curable composition having delustered surface after the curing without deteriorating physical properties of a sealing material. **SOLUTION:** This room temperature-curable composition is composed of 100 pts.wt. a polymer comprising propylene oxide as a principal chain, having a curable and hydrolyzable silyl group having 6,000-30,000 number-average molecular weight and 0.1-20 pts.wt. at least one kind selected from the group of an amine compound, an amide compound, a fatty acid, an alcohol and a fatty ester, each having 10-200 deg.C melting point. Furthermore, 2-30 pts.wt. filler having 10-80 $\mu$ m average granular diameter can be contained in the composition.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-100408

(43) 公開日 平成9年(1997) 4月15日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 L 71/02	L Q E		C 0 8 L 71/02	L Q E
	L Q D			L Q D
C 0 8 K 3/00			C 0 8 K 3/00	
5/05			5/05	
5/10			5/10	
審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 5 頁) 最終頁に続く				

(21) 出願番号 特願平8-44756

(22) 出願日 平成8年(1996) 3月1日

(31) 優先権主張番号 特願平7-42942

(32) 優先日 平7(1995) 3月2日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(31) 優先権主張番号 特願平7-197294

(32) 優先日 平7(1995) 8月2日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000002174

積水化学工業株式会社

大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号

(72) 発明者 村山 之彦

大阪府堺市築港新町3-5-1 積水化学  
工業株式会社内

(72) 発明者 山内 康司

大阪府堺市築港新町3-5-1 積水化学  
工業株式会社内

(54) 【発明の名称】 室温硬化性組成物

(57) 【要約】

【課題】 シーリング材の物性を低下させず、硬化後の表面が艶消しされた室温硬化性組成物を提供する。

【解決手段】 数平均分子量が6千～3万の、架橋可能である加水分解性シリル基を末端に有する主鎖がプロピレンオキシドの重合体100重量部、並びに、融点が10～200℃であるアミン化合物、融点が10～200℃であるアミド化合物、融点が10～200℃である脂肪酸、融点が10～200℃であるアルコール、及び、融点が10～200℃である脂肪酸エステルからなる群より選ばれる1種以上の化合物0.1～20重量部からなる室温硬化性組成物。更に、平均粒径10～80μmの充填剤を2～30重量部含有する前記の室温硬化性組成物。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 数平均分子量が6千～3万の、架橋可能である加水分解性シリル基を末端に有する主鎖がプロピレンオキシドの重合体100重量部、並びに、融点が10～200℃であるアミン化合物、融点が10～200℃であるアミド化合物、融点が10～200℃である脂肪酸、融点が10～200℃であるアルコール、及び、融点が10～200℃である脂肪酸エステルからなる群より選ばれる1種以上の化合物0.1～20重量部からなることを特徴とする室温硬化性組成物。

【請求項2】 更に、平均粒径10～80μmの充填剤を2～30重量部含有することを特徴とする請求項1記載の室温硬化性組成物。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、室温硬化性組成物に関する。

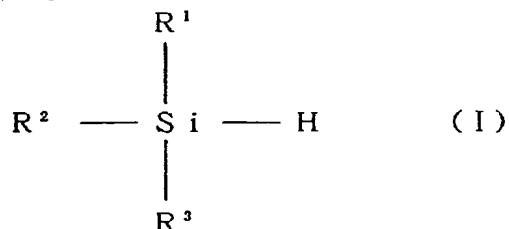
【0002】

【従来の技術】室温硬化性組成物は、シーリング材や接着剤として、外壁の目地等に使用される。大気中の湿気と反応してゴム状に硬化する室温硬化性組成物としては、例えば、ポリサルファイド系組成物、ウレタン系組成物、シリコン系組成物等がある。しかし、これらは、耐熱性、接着性等の各種物性、取扱い性、価格面等について満足がいくものではなく、高性能であり、かつ安価である室温硬化性組成物が求められていた。

【0003】特公昭61-18582号公報には、高性能であり、かつ安価である室温硬化性組成物として、加水分解性のシリル基を末端に有するオキシプロピレン重合体が開示されている。このオキシプロピレン重合体は、ポリオキシプロピレングリコールを鎖延長して分子量6300～15000にし、末端にエーテル型アリールオレフィン基を導入した後、VIII族遷移金属の存在下で、下記の一般式(1)で表されるヒドロシリコン化合物と反応させて得られる。

【0004】

【化1】



【0005】式中、R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>、R<sup>3</sup>は、同一又は異なって、炭化水素基、ハロゲン化炭化水素基、ハロゲン原子、アルコキシ基、アシルオキシ基、又は、ケトキシメート基を表す。但し、R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>及びR<sup>3</sup>のうち少なくとも1つは、ハロゲン原子、アルコキシ基、アシルオキシ基、又は、ケトキシメート基を表す。

【0006】また、シーリング材や接着剤等に使用される室温硬化性組成物には、安物感を出さないために、過度に艶が出た状態、所謂「てかり」が出ないことも要求される。この艶消し化への要求に対しては、従来、艶消し塗料の使用、粒径が比較的大きい充填物や多孔物質の添加等により対応がなされてきた。

【0007】このような充填物や多孔物質としては、例えば、平均粒径10～80μmのガラスビーズ、シリカビーズ、アルミナビーズ、カーボンビーズ、スチレンビーズ、フェノールビーズ、アクリルビーズ、多孔質シリカ、シラスバルーン、ガラスバルーン、シリカバルーン、サランバルーン、アクリルバルーン等がある。

【0008】しかし、艶消し塗料の使用は工程の増加やコスト上昇に繋がり、また、充填剤や多孔物質を添加した場合には、引っ張り物性が低下して、シーリング材としての十分な物性を有するものが得られにくくなる等の欠点を有することとなる。従って、工程の短縮化、コストダウンを図るためにも、現在では、艶消し化されたシーリング材が求められている。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記に鑑み、シーリング材の物性を低下させず、硬化後の表面が艶消しされた室温硬化性組成物を提供することを目的とする。

【0010】

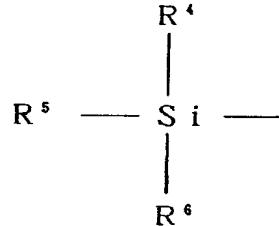
【課題を解決するための手段】請求項1記載の室温硬化性組成物（以下、請求項1記載の発明を本発明1という）は、数平均分子量が6千～3万の、架橋可能である加水分解性シリル基を末端に有する主鎖がプロピレンオキシドの重合体100重量部、並びに、融点が10～200℃であるアミン化合物、融点が10～200℃であるアミド化合物、融点が10～200℃である脂肪酸、融点が10～200℃であるアルコール、及び、融点が10～200℃である脂肪酸エステルからなる群より選ばれる1種以上の化合物0.1～20重量部からなることを特徴とする。

【0011】本発明1で使用される重合体は、主鎖がプロピレンオキシドの重合体である。上記プロピレンオキシドの重合体としては、-R-O-（式中、Rは、プロピレン基を表す。）で表される繰り返し単位を有するものが挙げられ、プロピレンオキシド以外のモノマー、例えば、アクリル酸エステル系、酢酸ビニル、スチレン、アクリロニトリルなどのビニル系単量体が共重合されていてもよい。

【0012】本発明1で使用される重合体の数平均分子量は、6千～3万である。6千未満であると、硬化後の伸びが小さく、3万を超えると、粘度が高くなり作業性に問題をきたすので、上記範囲に限定される。

【0013】上記重合体は、例えば、特開平3-72527号公報に開示されている方法を用いて得られる。即

ち、複合金属シアン化物錯体触媒の存在下、例えば、多価アルコール等のイニシエーターにプロピレンオキシドを開環付加重合させ、ついで、分子末端にある水酸基を不飽和基に変換し、さらに、不飽和基に加水分解性基を有するヒドロシリコン化合物を反応させて得られる。 \*



【0016】式中、 $\text{R}^4$ 、 $\text{R}^5$ 、 $\text{R}^6$ は、同一又は異なって、炭化水素基、又は、加水分解性基を表す。但し、 $\text{R}^4$ 、 $\text{R}^5$ 及び $\text{R}^6$ のうち少なくとも1つは、加水分解性基を表す。

【0017】反応性を制御しやすいので、 $\text{R}^4$ 、 $\text{R}^5$ 及び $\text{R}^6$ のうちの1つが、炭化水素基であることが好ましい。上記加水分解性基としては、反応性のバランスが良いので、アルコキシ基が好ましい。より好ましくは、メトキシ基である。

【0018】本発明1で使用されるアミン化合物、アミド化合物、脂肪酸、アルコール、又は、脂肪酸エステルは、融点が $10 \sim 200^\circ\text{C}$ である。融点が $10^\circ\text{C}$ 未満であると、得られる組成物から染み出しやすくなり、シーリング材として使用する場合に基材への汚染をきたし、汚れの原因となり、 $200^\circ\text{C}$ を超えると、上記重合体との混合が難しくなり、混合時に高温による溶融又は多量の溶剤が必要となるので、上記範囲に限定される。上記アミン化合物、アミド化合物、脂肪酸、アルコール、又は、脂肪酸エステルの融点は、好ましくは $20 \sim 140^\circ\text{C}$ である。

【0019】上記融点が $10 \sim 200^\circ\text{C}$ であるアミン化合物、上記融点が $10 \sim 200^\circ\text{C}$ であるアミド化合物、上記融点が $10 \sim 200^\circ\text{C}$ である脂肪酸、上記融点が $10 \sim 200^\circ\text{C}$ であるアルコール、及び、上記融点が $10 \sim 200^\circ\text{C}$ である脂肪酸エステルからなる群から選ばれる1種以上の化合物の含有量は、上記重合体100重量部に対して、0.1～20重量部である。含有量が、0.1重量部未満であると、艶消し効果が得られず、20重量部を超えると、接着性が悪くなるので、上記範囲に限定される。

【0020】上記融点が $10 \sim 200^\circ\text{C}$ であるアミン化合物としては、例えば、ラウリルアミン（融点 $25^\circ\text{C}$ ）、ステアリルアミン（融点 $50^\circ\text{C}$ ）、トリベンジルアミン（融点 $90^\circ\text{C}$ ）、ジフェニルアミン（融点 $53^\circ\text{C}$ ）、*m*-フェニレンジアミン（融点 $63^\circ\text{C}$ ）等が挙げられる。

【0021】上記融点が $10 \sim 200^\circ\text{C}$ であるアミド化合物としては、例えば、ラウリン酸アミド（融点 $86$

\*【0014】上記架橋可能である加水分解性シリル基としては、下記の一般式（I I）で表されるシリル基等が挙げられる。

【0015】

【化2】

（I I）

$^\circ\text{C}$ ）、オレイン酸アミド（融点 $73^\circ\text{C}$ ）、エルカ酸アミド（融点 $82^\circ\text{C}$ ）、リシノール酸アミド（融点 $65^\circ\text{C}$ ）、*N*-ステアリルステアリン酸アミド（融点 $94^\circ\text{C}$ ）、*N*-ステアリルオレイン酸アミド（融点 $67^\circ\text{C}$ ）、*N*-オレイルステアリン酸アミド（融点 $74^\circ\text{C}$ ）、*N*-ステアリルエルカ酸アミド（融点 $74^\circ\text{C}$ ）、*N*-オレイルバルミチン酸アミド（融点 $69^\circ\text{C}$ ）、ラウリン酸ジエタノールアミド、バルミチン酸ジエタノールアミド、ミリスチン酸ジエタノールアミド、カプリン酸ジエタノールアミド等が挙げられる。

【0022】上記融点が $10 \sim 200^\circ\text{C}$ である脂肪酸としては、例えば、ラウリン酸（融点 $44^\circ\text{C}$ ）、トリデシル酸（融点 $45.5^\circ\text{C}$ ）、ミリスチン酸（融点 $58^\circ\text{C}$ ）、ペンタデシル酸（融点 $54^\circ\text{C}$ ）、バルミチン酸（融点 $64^\circ\text{C}$ ）、ヘプタデシル酸（融点 $61^\circ\text{C}$ ）、ステアリン酸（融点 $72^\circ\text{C}$ ）、ノナデカン酸（融点 $69^\circ\text{C}$ ）、アラキシン酸（融点 $77^\circ\text{C}$ ）、ベヘン酸（融点 $82^\circ\text{C}$ ）、リグノセリン酸（融点 $84^\circ\text{C}$ ）、セロチン酸（融点 $87.9^\circ\text{C}$ ）、ヘプタコサン酸（融点 $82^\circ\text{C}$ ）、モンタン酸（融点 $89^\circ\text{C}$ ）、メリシン酸（融点 $94^\circ\text{C}$ ）、ラクセル酸（融点 $96^\circ\text{C}$ ）等が挙げられる。

【0023】上記融点が $10 \sim 200^\circ\text{C}$ であるアルコールとしては、例えば、セチルアルコール（融点 $49^\circ\text{C}$ ）、ヘプタデシルアルコール（融点 $54^\circ\text{C}$ ）、ステアリルアルコール（融点 $60^\circ\text{C}$ ）、ノナデシルアルコール（融点 $63^\circ\text{C}$ ）、エイコシルアルコール（融点 $65.5^\circ\text{C}$ ）、セリルアルコール（融点 $79^\circ\text{C}$ ）、メリシルアルコール（融点 $86.5^\circ\text{C}$ ）等が挙げられる。

【0024】上記融点が $10 \sim 200^\circ\text{C}$ である脂肪酸エステルとしては、例えば、ステアリン酸ブチル（融点 $23^\circ\text{C}$ ）、ステアリン酸モノグリセリド（融点 $58^\circ\text{C}$ ）、ペンタエリスリトールテトラステアレート（融点 $65^\circ\text{C}$ ）、ステアリルステアレート（融点 $55^\circ\text{C}$ ）等が挙げられる。

【0025】本発明1で使用されるアミン化合物、アミド化合物、脂肪酸、アルコール、又は、脂肪酸エステルは、好ましくは、融点が $20 \sim 140^\circ\text{C}$ であるアミン化合物、融点が $20 \sim 140^\circ\text{C}$ であるアミド化合物等であ

る。

【0026】本発明1の室温硬化性組成物には、必要に応じて、例えば、シラノール縮合触媒等の硬化触媒を添加してもよい。上記シラノール縮合触媒としては、例えば、テトラブチルチタネート、テトラプロピルチタネート等のチタン酸エステル類；ジブチルすずジラウレート、ジブチルすずマレエート、ジブチルすずジアセテート、オクチル酸すず、ナフテン酸すず等のすずカルボン酸塩類；ジブチルすずオキサイドとフタル酸エステルとの反応物；ジブチルすずジアセチルアセトナート；アルミニウムトリシアセチルアセトナート、アルミニウムトリスエチルアセトアセテート、ジイソプロポキシアルミニウムエチルアセトアセテート等の有機アルミニウム化合物類；ジルコニウムテトラアセチルアセトナート、チタンテトラアセチルアセトナート等のキレート化合物類；オクチル酸鉛；シラノール縮合触媒として公知のその他の酸性触媒及び塩基性触媒等が挙げられる。これらは単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。

【0027】本発明1の室温硬化性組成物には、引っ張り物性等を改善する物性調整剤、充填剤、補強材、可塑性調整剤、着色剤、老化防止剤、難燃剤等の各種添加剤を必要に応じて添加してもよい。

【0028】上記引っ張り物性等を改善する物性調整剤としては、例えば、1分子中にシラノール基を1個有するシリコン化合物、加水分解して1分子中にシラノール基を1個有する化合物を生成するシリコン化合物等の各種シランカップリング剤が挙げられる。

【0029】上記充填剤としては、例えば、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、含水けい酸、無水けい酸、けい酸カルシウム、シリカ、二酸化チタン、クレイ、タルク、カーボンブラック等が挙げられる。これらは単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。

【0030】上記可塑性調整剤としては、例えば、りん酸トリブチル、りん酸トリクレジル等のりん酸エステル；フタル酸ジオクチル等のフタル酸エステル；グリセリンモノオレイン酸エステル等の脂肪酸一塩基酸エステル；アジピン酸ジブチル、アジピン酸ジオクチル等の脂肪酸二塩基酸エステル等が挙げられる。これらは単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。上記可塑性調整剤の添加により、硬化後の伸び物性が更に高まり、低モジュラス化が可能になる。

【0031】本発明1の室温硬化性組成物には、さらに、顔料；紫外線吸収剤；酸化防止剤；難燃剤；トルエン、アルコール等の各種溶媒等を添加して、得られる室温硬化性組成物を変性してもよい。

【0032】請求項2記載の室温硬化性組成物（以下、請求項2記載の発明を本発明2という）は、本発明1の室温硬化性組成物に、更に、平均粒径10～80μmの充填剤を2～30重量部含有することを特徴とする。

【0033】本発明2で使用する充填剤の平均粒径

は、小さくなると艶消し効果が少なくなり、大きくなると組成物の硬化後の伸びが小さくなるので、10～80μmに限定される。

【0034】本発明2において、上記充填剤の含有量は、小さくなると艶消し効果が少なくなり、大きくなると組成物の硬化後の伸びが小さくなるので、2～30重量部に限定され、好ましくは5～15重量部である。

【0035】本発明2で使用する充填剤としては、上記の平均粒径であれば特に限定されないが、例えば、ガラスビーズ、シリカビーズ、アルミナビーズ、カーボンビーズ、スチレンビーズ、フェノールビーズ、アクリルビーズ、多孔質シリカ、シラスバルーン、ガラスバルーン、シリカバルーン、サランバルーン、アクリルバルーン等が挙げられる。これらの中で、組成物の硬化後の伸びの低下が少ない点からガラスバルーンが特に好ましい。

【0036】本発明2は、上記平均粒径10～80μmの充填剤が含有されることにより、艶消し効果が更に高まると共に、融点が10～200℃であるアミン化合物、融点が10～200℃であるアミド化合物、融点が10～200℃である脂肪酸、融点が10～200℃であるアルコール、及び、融点が10～200℃である脂肪酸エステルからなる群より選ばれる1種以上の化合物が特定の割合で配合されていることにより、良好な伸び特性を有する。

【0037】

【発明の実施の形態】以下に実施例を掲げて本発明を更に詳しく説明するが、本発明はこれら実施例のみに限定されるものではない。

#### 【0038】実施例1～8、比較例1～3

（使用原料）

・加水分解性シリル基を末端に有する重合体：旭硝子社製「エクセスター2410」（分子量1万7千、分子量分布1.4）

・ステアリルアミン、ラウリン酸アミド、ステアリルアルコール、パルミチン酸、ラウリルアミン

・ガラスバルーン：旭硝子社製「Z27」、平均粒径60μm

・炭酸カルシウム：白石工業社製「CCR」

・酸化チタン

・ポリプロピレングリコール：旭硝子社製「エクセノー2020」

・ビニルトリメトキシシラン

・アミノエチルアミノプロピルトリメトキシシラン

・ジブチルすずジラウレート

【0039】（室温硬化性組成物の調製）表1に重量部で示した配合組成で室温硬化性組成物を調製した。具体的には、上記の「エクセスター2410」に、加熱により融解したステアリルアミン、ラウリン酸アミド、ステアリルアルコール、パルミチン酸又はラウリルアミン、

及びガラスバルーン、炭酸カルシウム、酸化チタン、ポリプロピレングリコールを、密封した攪拌機で均一に混合し、110℃で2時間減圧加熱脱水した後、30℃まで冷却後、さらにビニルトリメトキシシラン、アミノエチルアミノプロピルトリメトキシシラン及びジブチルすずジラウレートとを均一に分散して室温硬化性組成物を得た。

【0040】(性能評価)室温硬化性組成物が付着しないような処理をしたガラス板の上に型枠を置き、得られた室温硬化性組成物を泡が入らないように注意して充填し、その表面をへらで平らにならし、これを20℃、相対湿度65%の条件で7日間放置して硬化させ、70mm×150mm×5mm(高さ)の試料を作成した。得\*

\*られた試料を用いて、下記の方法にて、光沢度、汚れ性および伸びを評価した。

・光沢度：60度鏡面光沢をJIS Z 8741に準拠して測定した。

・汚れ性：大阪府堺市築港新町にて、屋外暴露を3カ月行った後、表面の汚れを官能評価した。

(評価基準)

○：殆ど汚れていなかった。

△：少し汚れて、黒ずんでいた。

・伸び：JIS K 6301に準拠して測定した。

以上の評価結果を表1に示した。

【0041】

【表1】

	実 施 例								比 較 例		
	1	2	3	4	5	6	7	8	1	2	3
エクセスター2410	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
ステアリンアミン	3	5	—	—	—	—	3	1	—	—	—
ラウリン酸アミド	—	—	5	—	—	—	—	—	—	—	—
ステアリンアルコール	—	—	—	5	—	—	—	—	—	—	—
パルミチン酸	—	—	—	—	5	—	—	—	—	—	—
ラウリンアミン	—	—	—	—	—	5	—	—	—	—	—
炭酸カルシウム	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
酸化チタン	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
ポリプロピレングリコール	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50
ビニルトリメトキシシラン	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
アミノエチルアミノプロピルトリメトキシシラン	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
ジブチルすずジラウレート	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
ガラスバルーン	—	—	—	—	—	—	10	15	—	10	20
光 沢 度	2.2	1.9	23.5	25.6	22.7	1.8	1.6	3.0	54.9	35.1	5.1
汚 れ 性	○	○	○	○	○	○	○	○	△	△	△
伸 び (%)	860	970	850	860	920	950	720	600	810	340	180

【0042】

【発明の効果】本発明1の室温硬化性組成物は、上述の構成よりなるのでシーリング材の物性を低下させず、硬化後の表面が艶消しされており、また、施工後に粉塵やほこり等の付着による汚れを防ぐことができ、外壁の目地のシーリング、接着等に好適に使用できる。本発明2※

※の室温硬化性組成物は、上述の構成よりなるので硬化後の表面が特に艶消しされており、且つシーリング材の物性(特に、伸び)を殆ど低下させず、また、施工後に粉塵やほこり等の付着による汚れを防ぐことができ、外壁の目地のシーリング、接着等に好適に使用できる。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

C08K 5/17  
5/20

識別記号

庁内整理番号

F I

C08K 5/17  
5/20

技術表示箇所